

**UNIVERSIDADE DE LISBOA**  
**FACULDADE DE MEDICINA DENTÁRIA**



**CONSEQUÊNCIA DE VARIÁVEIS DE MANIPULAÇÃO  
NA EFICÁCIA DE ADESIVO *SELF-ETCH* UM PASSO**

**Joana Gradim Fróis**

**MESTRADO INTEGRADO**

2011

**UNIVERSIDADE DE LISBOA**  
**FACULDADE DE MEDICINA DENTÁRIA**



**CONSEQUÊNCIA DE VARIÁVEIS DE MANIPULAÇÃO  
NA EFICÁCIA DE ADESIVO *SELF-ETCH* UM PASSO**

**Joana Gradim Fróis**

Dissertação orientada pelo Professor Doutor Jaime Portugal

**MESTRADO INTEGRADO**

2011

*Ao meu pai  
Que me ensina  
todos o dias a lutar*

## AGRADECIMENTOS

Estou extremamente grata a todos os que de algum modo contribuíram para a realização deste trabalho e também aqueles que me ajudaram a transformar na pessoa que sou.

Ao Professor Doutor Jaime Portugal, pela orientação, dedicação e ensinamentos que sempre me facultou e um especial obrigado pelos incentivos que me proporcionou e pela possibilidade de descobrir um mundo novo, o da investigação.

À Professora Doutora Sofia Arantes e Oliveira pela ajuda e simpatia demonstradas.

À Dr.<sup>a</sup> Filipa Chaqueira pela disponibilidade, ajuda e boa disposição que ao longo da execução deste estudo me facultou.

À Assistente Dentária Filipa Sattler pela ajuda na gestão de materiais e equipamentos necessários à realização do protocolo laboratorial deste trabalho.

Ao Gonçalo Barragan, amigo e colega, o meu agradecimento pela ajuda e companheirismo em mais uma etapa nesta Faculdade.

À minha Avó pelo seu apoio e exemplo de sabedoria de vida.

À minha mãe que sempre me acompanhou e se dedicou para eu alcançar todas as minhas metas.

Ao meu pai que sempre acreditou em mim e me deixou voar.

Aos meus amigos da Faculdade que enfrentaram comigo esta árdua e grata caminhada.

A todos os outros meus amigos, pela amizade, companheirismo e apoio que me deram.

Aos Dirigentes Associativos que me acompanharam ao longo destes anos nas vitórias e também nas derrotas, o que muito contribuiu para o meu desenvolvimento pessoal.

A todos aqueles que me ajudaram a descobrir e a aprender a gostar de Medicina Dentária e contribuíram para que um dia venha a ser uma digna profissional desta “arte”.



## RESUMO

**Objectivo:** O presente estudo tem como objectivo avaliar consequências de variáveis de manipulação na resistência adesiva a tensões de corte à dentina humana de um adesivo *self-etch* um passo, e o tipo de falha de união.

**Materiais e métodos:** A amostra foi constituída por 40 molares humanos não cariados, seccionados transversalmente para eliminar a raiz. Em cada coroa foram realizados três cortes longitudinais, obtendo-se dois espécimes a partir de cada dente, (80 espécimes), aleatoriamente distribuídos por cada grupo experimental (n=20). Foram assim criados 4 grupos experimentais de acordo com o protocolo de adesão seguido (de acordo com as indicações do fabricante; pré-condicionamento ácido; aplicação de camada suplementar de adesivo; aplicação de camada hidrófoba). Antes da aplicação do adesivo, Adper™ Prompt™ L–Pop™, a superfície da dentina foi submetida à ação de uma lixa (grão 320) para criar *smear layer*. O sistema adesivo foi aplicado segundo o grupo experimental e após aplicação do compósito, os espécimes foram montado num placa de Watanabe e armazenados numa estufa a 37°C com uma humidade relativa de 100% durante 72 horas. Após o estudo da resistência adesiva sob tensão de corte, as interfaces da fractura foram observadas com um estereomicroscópio, permitindo determinar o tipo de falha de união como adesiva, mista ou coesiva.

**Resultados:** Os valores de resistência adesiva sob forças de corte foram submetidos a uma análise de variância factorial (ANOVA), com uma dimensão e a testes post-hoc segundo o método de Tukey. Os resultados do tipo de falha de união foram analisados através de testes estatísticos (Kruskal-Wallis e Mann-Whitney). Os valores médios de resistência adesiva variaram entre 0,01 e 24,60 MPa. A aplicação de uma camada adicional do adesivo e de uma camada hidrófoba permitiu obter valores de resistência adesiva estatisticamente mais elevados que os obtidos com a aplicação segundo as indicações do fabricante ou do pré-condicionamento de ácido ( $p<0,05$ ). A falha obtida foi predominantemente do tipo adesivo em todos os grupos experimentais com exceção do grupo em que foi aplicada uma camada hidrófoba, em que a falha foi predominantemente mista.

**Conclusões:** Os resultados obtidos permitem concluir que é possível aumentar os valores de adesão do sistema adesivo estudado através da alteração do protocolo preconizado pelo fabricante.

**Palavras Chave:** Adesivo self-etch um passo; Reforço dos adesivos self-etch um passo; Testes de resistência adesiva sob tensão de corte; Dentina



## ABSTRACT

**Objective:** The aim of this study is to assess the consequences of manipulating variables in the shear bond strength to human dentin of a one step self-etch adhesive, and the type of bond failure.

**Methods:** The sample consisted of 40 non-carious human molars, transversely sectioned to eliminate the root. In each crown three longitudinal sections were performed, resulting in two specimens from each tooth (80 specimens), randomly distributed within each experimental group (n = 20). Thus, four experimental groups were created according to the protocol of accession followed (manufacturer's instructions, pre-etching, application of additional layer of adhesive and application of hydrophobic layer). Before applying the adhesive, Adper™ Prompt™ L-Pop™, the dentin surface was prepared with an abrasive paper (320-grit) to create smear layer. The adhesive system was applied according to the experimental group and after application of the composite, specimens were mounted on a Watanabe plate and stored at 37 ° C with a relative humidity of 100% during 72 hours. After the study of shear bond strength, the fracture interfaces were observed with a stereomicroscope, allowing for the identification of bond failure type as adhesive, cohesive or mixed.

**Results:** The values of shear bond strength were subjected to a factorial analysis of variance (ANOVA) with a size and post-hoc tests using the Tukey's method. The results of the type of bond failure were analyzed by statistical tests (Kruskal-Wallis and Mann-Whitney). The average bond strength varied between 0,01 and 24,60 MPa. The application of an additional layer of adhesive and a hydrophobic layer bond allowed to obtain strength values statistically higher than those obtained with the application according to the manufacturer or with pre-etching ( $p < 0.05$ ). The adhesive failure was mostly obtained in all experimental groups except the group who has applied a hydrophobic layer, where the failure was mostly mixed.

**Conclusions:** The results indicate that it is possible to increase the values of the adhesive system studied by changing the protocol recommended by the manufacturer.

**Key Words:** One-step self-etch adhesive; Self-reinforcing adhesive; Shear bond strength; Dentin





## ÍNDICE

<b>1 Introdução .....</b>	<b>1</b>
1.1 Adesão dentária .....	2
1.1.1 Adesão .....	2
1.1.1.1 Substratos dentários .....	2
1.1.2 Sistema Adesivo.....	3
1.1.2.1 Evolução adesiva .....	3
1.1.2.2 Adesivos Etch and Rinse (Remoção total).....	4
1.1.2.3 Adesivos Self Etch (Remoção parcial) .....	5
1.1.2.3.1 Forças de Adesão .....	6
1.1.3 Durabilidade .....	7
<b>2 Objectivos do estudo .....</b>	<b>9</b>
<b>3 Materiais e métodos .....</b>	<b>10</b>
3.1 Delineamento experimental.....	10
3.2 Materiais utilizados .....	11
3.3 Preparação dos espécimes .....	12
3.4 Procedimento experimental.....	14
3.5 Teste de Resistência adesiva sob forças de corte .....	17
3.6 Análise do tipo de falha.....	17
3.7 Análise estatística .....	19
<b>4 Resultados.....</b>	<b>20</b>
4.1 Análise Estatística Descritiva .....	20
4.2 Análise de variância factorial (ANOVA).....	20
4.3 Tipo de falha de união.....	21

<b>5</b>	<b>Discussão</b>	23
5.1	Protocolo experimental	23
5.2	Resultados obtidos no estudo	25
<b>6</b>	<b>Conclusões</b>	28
	<b>Referências Bibliográficas</b>	29
<b>Anexo I</b>		39
	Abreviaturas	40
<b>Anexo II</b>		41
	Índice de Figuras	42
	Índice de Tabelas	43
	Índice de Gráficos	44

## 1. INTRODUÇÃO

O desenvolvimento da dentisteria adesiva levou a que fosse abandonado o paradigma defendido por Black, relativamente aos preparos cavitários, “extensão para a prevenção”, sendo substituído por um novo paradigma, em que os procedimentos restauradores devem ser minimamente invasivos e interventivos (Tyas *et al.* 2000; Peters e McLean 2001; Murdock–kinch e Mclean 2003).

Embora a dentisteria adesiva preserve mais estrutura dentária e confira vantagens estéticas, a longevidade clínica continua a ser um dos seus principais problemas (Peumans *et al.* 2005) devido à degradação da interface de adesão (Mjör e Gordan 2002; De Munck *et al.* 2004).

A interface adesiva estabelece uma união entre a resina composta e o substrato dentário (Perdigão 2007). Esta tarefa torna-se difícil de conseguir, na medida em que os processos de adesão ao esmalte e à dentina são diferentes, por estes apresentarem naturezas muito díspares. (Van Meerbeek *et al.* 2011).

Como a composição e estrutura do esmalte são homogéneas, a adesão à resina composta é mais duradoura e previsível do que a adesão desta à dentina (Perdigão 2007). Devido à natureza orgânica, tubular (Erickson 1992) e presença de humidade, a adesão à dentina é mais complexa, sendo por isso, um desafio ainda por alcançar com sucesso (Haller 2000).

A procura do sistema adesivo ideal é uma constante desde 1955 com Buonocore. Várias foram as tentativas de melhorar as suas propriedades, contrariar as suas desvantagens e introduzir novas características.

Os adesivos *Self-etch* um passo (*all in one*) (SE1) resultaram da simplificação dos sistemas adesivos, implicando procedimentos clínicos de aplicação mais fáceis e rápidos (Van Meerbeek *et al.* 2011). Mas esta simplificação não é sinónimo de sucesso (Peumans *et al.* 2005). Apresentam menores forças de adesão quando aplicados (De Munck *et al.* 2005), e a longo prazo têm menor eficiência, devido ao aumento da nanoinfiltração (Tay *et al.* 2002).

Torna-se por isso pertinente, submeter os adesivos SE1, a variações do protocolo de aplicação do fabricante, com o intuito de se verificar a existência de alterações na sua eficácia, proporcionando uma maior resistência mecânica a tensões de corte.

## 1.1. ADESÃO DENTÁRIA

Na adesão à estrutura dentária, existem três elementos chaves que devem ser tidos em consideração: adesão, sistema adesivo, e durabilidade (Perdigão 1995).

### 1.1.1. Adesão

A palavra Adesão de acordo com a ASTM (especificação D907) significa “o estado no qual duas superfícies são mantidas juntas por forças intermoleculares”.

Segundo Van Meerbeek *et al.* (2003) e Salz e Bock (2010), a adesão dentária resulta da combinação de uma retenção micromecânica (Erickson 1992) com uma interacção química entre os monómeros funcionais do adesivo com a hidroxiapatite (Yoshida *et al.* 2000).

#### 1.1.1.1. Substratos dentários

A adesão não depende exclusivamente do sistema adesivo, mas também dos substratos a que este irá aderir, na medida em que o objectivo principal das restaurações adesivas é atingir uma íntima adaptação entre o material restaurador e o substrato dentário (Perdigão 2007).

Em Medicina Dentária, a adesão abrange uma multiplicidade de substratos, mas o esmalte e a dentina são os mais frequentes. A adesão a estes substratos é diferente devido à sua composição e estrutura também o serem (Perdigão 2010). Enquanto o esmalte é composto por aproximadamente 88% de mineral (prismas com milhões de cristais de hidroxiapatite), 2% de matriz orgânica e 10% de água, a dentina é constituída por 50% de matéria inorgânica (carbonato de cálcio) com pouca hidroxiapatite, 30% de matéria orgânica (predominantemente colagénio tipo I) e 20% de fluidos (semelhante ao plasma, mas ainda pouco caracterizado) (Marshall *et al.* 1997).

A adesão ao esmalte é mais previsível e tem maior durabilidade do que à dentina, já que composição e estrutura do esmalte são mais homogéneas relativamente à natureza orgânica, tubular e húmida da dentina (Erickson 1992).

A dentina apresenta uma organização porosa (Pashley 1996), sendo os túbulos dentinários uma das suas características mais marcantes, o que lhe confere uma grande permeabilidade. O lúmen destes túbulos é revestido por dentina peritubular

(intratubular) que é altamente mineralizada, constituída por cristais de hidroxiapatite e com pouca matriz orgânica, estes são separados por dentina intertubular, constituída por matriz de colagénio tipo I reforçada pela hidroxiapatite (Pashely 1989) e representam o caminho percorrido pelos odontoblastos desde a câmara pulpar até à junção amelo dentinária (JAD) ou cemento. A sua densidade e orientação variam de local para local, existindo um menor número de túbulos ao nível da JAD do que junto da polpa. O diâmetro dos túbulos ao nível da câmara pulpar é superior à da JAD (De Munck et al. 2011).

A dentina num estado vital, apresenta uma humidade intrínseca, como resultado do fluxo de saída de fluido dentinário através dos túbulos que ocorre devido à existência de uma pressão pulpar positiva, aproximadamente de 15 cm de H<sub>2</sub>O (Vongsavan e Matthews 1999). Esta não é uma estrutura estática, sendo afectada pela idade, doença ou trauma (Marshall 1997; Perdigão 2010).

### **1.1.2. Sistema Adesivo**

Para existir adesão entre as resinas compostas e o substrato é necessária a existência de um sistema adesivo, que é um material fluido e viscoso que une estes dois substratos e solidifica, permitindo assim a distribuição de forças de uma superfície para a outra (Roberson, Heymann e Swift 2006).

#### **1.1.2.1 . Evolução da técnica adesiva**

Os materiais restauradores têm vindo a evoluir visando a sua maior eficácia. O sucesso dos procedimentos restauradores exige uma íntima adaptação do material restaurador ao substrato dentário (Baier 1992). Um dos maiores problemas da dentisteria restauradora era a falta de adesão dos materiais restauradores que começou a ser ultrapassada com a introdução da técnica do condicionamento ácido do esmalte por Buonocore em 1955. A técnica que desenvolveu permitia estabelecer a adesão de resinas acrílicas ao esmalte.

Como a adesão na dentina é mais difícil que no esmalte, devido à sua composição orgânica, à sua humidade intrínseca e proximidade à polpa, o desafio seguinte foi o condicionamento ácido da dentina. Tal foi alcançado com os trabalhos de Fusayama *et al.* (1979), que preconizaram o condicionamento simultâneo do esmalte e

da dentina. Tendo-se assim iniciado uma nova era no desenvolvimento e utilização dos sistemas adesivos.

Em 1981 Pashley, Michelich e Kehl concluíram que a fraca performance destes adesivos resultava da existência de uma *smear layer* (camada de detritos depositados na superfície dentária durante o preparo da cavidade que apresenta aproximadamente entre 0,5 e 5µm de espessura) e com o intuito de a melhorar introduziram um condicionamento ácido da dentina que removia a *smear layer*, fazendo com que existisse um contacto directo da resina com a dentina desmineralizada.

Ao longo dos anos têm surgido diferentes formulações e apresentações comerciais dos sistemas adesivos, o que tem levado à elaboração de várias classificações com o intuito de os agrupar. A classificação relativa à composição e à cronologia (gerações) é confusa e encontra-se desactualizada (Van Meerbeek *et al.* 2001; Bayne *et al.* 2005). Actualmente é utilizada uma classificação, que foi introduzida em 2003 por Van Meerbeek *et al.*, tendo como base a forma como a *smear layer* é tratada e as etapas clínicas de aplicação. Segundo esta classificação pode haver remoção total (Adesivos Etch-and-Rinse) ou remoção parcial (Adesivos Self-Etch).

#### **1.1.2.2. Adesivos Etch-and-Rinse**

Os sistemas *etch-and-rinse* podem ser de 3 passos (ER3) ou 2 passos (ER2) consoante o primer e o adesivo se encontram separados ou combinados num único frasco (Van Meerbeek *et al.* 2001). Os ER2 surgiram com o objectivo de simplificar e contornar as desvantagens dos ER3 (De Munck *et al.* 2005).

O mecanismo de acção destes sistemas adesivos baseia-se na remoção total da *smear layer*, o que implica inicialmente um condicionamento ácido do esmalte e da dentina, com ácido fosfórico (concentração entre 35 e 40%). Aliada à remoção total da *smear layer*, ocorre a abertura dos túbulos dentinários e desmineralização da dentina peri e intertubular, com exposição da rede de colagénio (Perdigão 1995). A profundidade de desmineralização é influenciada pelo pH, tempo de aplicação, e concentração do agente condicionante (Van Meerbeek *et al.* 2003). Segue-se a remoção do ácido com água, devendo a dentina permanecer húmida para evitar o colapso das fibras de colagénio e promover a acção do *primer* (Pashley *et al.* 1993).

O passo seguinte é a aplicação do *primer* que penetra na área desmineralizada envolvendo a rede de colagénio exposta e aumentando a energia de superfície da

dentina, que devido ao conteúdo proteico fica diminuída após o condicionamento ácido. O *primer* é constituído por monómeros com propriedades hidrofílicas, com afinidade para a dentina, e hidrofóbicas, que se unem à resina composta restauradora. Estes monómeros encontram-se diluídos num solvente, etanol ou acetona (com características voláteis e capacidade de deslocar a água existente na superfície dentária e na rede de colagénio) ou água (com a capacidade de reidratar as fibras de colagénio após a remoção do ácido). O último passo consiste na aplicação do adesivo, este alcança a dentina impregnada pelo primer, copolimeriza com ele, formando a camada híbrida (Nakabayashi *et al.* 1982).

### 1.1.2.3. Adesivos *Self-Etch*

Os adesivos *self-etch* surgiram com o intuito de evitar a nanoinfiltração que resulta da existência de espaços nanométricos dentro da camada híbrida devido a um excessivo condicionamento ácido nos adesivos *etch-and-rinse*, o que levava a que esses espaços não fossem totalmente preenchidos pelo sistema adesivo. (Sano *et al.* 1995).

O mecanismo de acção dos adesivos *self-etch* baseia-se na dissolução ou modificação da *smear layer*, penetração na dentina e fixação das fibras de colagénio pelo *primer* e posterior penetração do adesivo (união química e micromecânica), formando uma camada híbrida com uma espessura de aproximadamente 1 µm, não existindo exposição dos túbulos dentinários como pode ocorrer nos *etch-and-rinse* (Van Meerbeek 2003).

Os adesivos dentários *self-etch* evoluíram de uma formulação original que separava o ácido, do *primer* e do adesivo, para uma combinação desses três passos (Van Meerbeek *et al.* 2003). Estes podem ser de dois passos (SE2) se o ácido e o *primer* estão reunidos num único frasco e separados do adesivo ou de um passo (SE1) se o ácido, o primer e adesivo estão combinados num único frasco.

Os SE1 são constituídos por monómeros funcionais acídicos que têm capacidade de desmineralizarem a dentina e o esmalte e infiltrarem os tecidos em simultâneo (Carvalho RM *et al.* 2005). Cada SE1 contém monómeros funcionais característicos que conferem diferentes desempenhos clínicos (Yoshida *et al.* 2004).

O monómero HEMA proporciona hidrofília ao sistema adesivo que por um lado funciona como promotor da adesão, mas que por outro proporciona a absorção de água, diluição do monómero, inibindo a polimerização e comprometendo a forças de adesão



(Van Landuyt *et al.* 2007). Os monómeros 10-MDP, 4-META e o Fenil-P quando fazem parte da constituição destes adesivos, são responsáveis pela interação química com a hidroxiapatite remanescente proporcionando maior resistência à degradação e prevenção da micro e nanoinfiltração (Van Meerbeek *et al.* 2003; Yohida *et al.* 2004).

Nos SE1 o solvente normalmente utilizado é a água, e em alguns sistemas também existe etanol ou acetona (Van Landuyt *et al.* 2007). A presença de água é fundamental para permitir a ionização dos monómeros acídicos e a desmineralização do esmalte e dentina subjacentes (Tay e Pashley 2001). Uma maior concentração de água no adesivo SE1 resulta numa maior agressividade (capacidade de desmineralização) (Hiraishi *et al.* 2005).

A profundidade de desmineralização e impregnação, depende do pH dos SE1 (Tay e Pashley 2001), que são limitadas devido à capacidade tampão da dentina e ao efeito iónico comum em altas concentrações de cálcio e fosfato, que influenciam a dissolução adicional da hidroxiapatite. Os monómeros acídicos são tamponados pelo conteúdo mineral do substrato perdendo a capacidade de penetração da dentina (De Munck *et al.* 2005).

Segundo Tay e Pashley (2001) estes adesivos são classificados consoante a sua agressividade em fracos ( $\text{pH} > 2,5$ ), moderados ( $\text{pH} \approx 2$ ) e agressivos ( $\text{pH} \leq 1$ ).

Os adesivos de agressividade fraca só conseguem desmineralizar a superfície da dentina (até cerca de 1  $\mu\text{m}$  de profundidade), permanecendo um remanescente de cristais de hidroxiapatite junto ao colagénio exposto, sendo a adesão resultado da existência de microrretenções e de uma interação química entre o grupo funcional dos monómeros de fosfato de carboxilo e a hidroxiapatite remanescente (Van Meerbeek *et al.* 2001). Enquanto que os de agressividade forte dissolvem quase toda a hidroxiapatite, expõem o colagénio, apresentando uma maior profundidade de desmineralização (Yohida *et al.* 2004).

#### 1.1.2.3.1. Força de Adesão

Embora os adesivos SE1 representem uma simplificação e proporcionem uma aplicação menos passível de erros (Van Meerbeek *et al.* 2001, 2003), apresentam uma inferior performance clínica e laboratorial comparativamente aos adesivos de passos

múltiplos (Peumans *et al.* 2005), registando-se baixos valores de força de adesão (Van Meerbeek *et al.* 2003; De Munck *et al.* 2005)

Os SE1 têm como mecanismo de acção a dissolução ou modificação da *smear layer* (Van Meerbeek *et al.* 2003). Como esta interfere com a adesão, leva a que tenham menores forças de adesão. (Pashley, Michelich e Kehl 1981).

Os SE1 têm uma elevada quantidade de água na sua composição, sendo esta necessária para dissociar os fracos monómeros acídicos em formas ionizadas de modo a permitir a penetração destes adesivos na *smear layer* e a atingirem a dentina mineralizada. No entanto, o excesso de água leva a que exista uma redução das propriedades mecânicas da camada adesiva, diminuindo as forças de adesão (Van Meerbeek *et al.* 2003).

Quando se aplicam os SE1 de acordo com os protocolos preconizados pelos fabricantes, verifica-se a existência de menores forças de adesão imediatas em relação aos adesivos ER3 (Peumans *et al.* 2005; Sadek *et al.* 2005; Van Landuyt *et al.* 2009; Van Meerbeek *et al.* 2011), pelo que vários autores têm sugerido alterações a estes protocolos com o intuito de alcançarem melhores propriedades. (Frankenberger *et al.* 2001; Pashley *et al.* 2002; Hashimoto *et al.* 2004; Ito *et al.* 2005; Brackett *et al.* 2005; Van Landuyt *et al.* 2006; Perdigão *et al.* 2007).

### **1.1.3. Durabilidade**

O sucesso clínico das restaurações depende da efectividade e durabilidade da interface da união.

A presença de água, influencia e acelera a degradação (Hashimoto *et al.* 2011) da interface de adesão entre o dente e a resina, levando ao aparecimento de descoloração marginal, fraca adaptação marginal e perda de retenção das restaurações (Mjör *et al.* 2002). Esta degradação resulta do efeito hidrolítico da água nos adesivos, que é um processo químico que fractura as ligações covalentes entre os polímeros por adição de água às ligações éster, resultando numa perda de massa da resina (Tay e Pashley 2003) o que contribui para a redução das forças de adesão dos adesivos dentários ao longo do tempo (Watanabe e Nakabayashi 1993).

Os resultados obtidos com os adesivos SE1 mostram que se diminuirmos o pH da solução do adesivo, o conteúdo dos monómeros acídicos e da água aumentam, o que resulta numa maior hidrofilia, contribuindo para uma maior adsorção de água e

consequentemente uma menor estabilidade hidrolítica e a longo prazo menor eficiência devido ao aumento da nanoinfiltração (Tay *et al.* 2002).

De Munck *et al.* (2004) concluiu que simplificação dos procedimentos adesivos não significa melhoria da performance adesiva, especialmente a longo prazo

## **2. OBJECTIVOS DO ESTUDO**

1. Analisar as influências, na resistência adesiva a tensões de corte, de alterações ao protocolo de aplicação indicado pelo fabricante do sistema adesivo Adper™ Prompt™ L–Pop™ Self–Etch à dentina humana, de acordo com as seguintes hipóteses:

Ho: Os valores de resistência adesiva à dentina não são influenciados pela alteração ao protocolo de aplicação preconizado pelo fabricante

H1: Os valores de resistência adesiva à dentina são influenciados pela alteração ao protocolo de aplicação preconizado pelo fabricante

2. Analisar as influências de alterações ao protocolo de aplicação indicado pelo fabricante do sistema adesivo Adper™ Prompt™ L–Pop™ Self–Etch, no tipo de falha de união, de acordo com as seguintes hipóteses:

Ho: O tipo de falha não é influenciado pela alteração ao protocolo de aplicação preconizado pelo fabricante

H1: O tipo de falha é influenciado pela alteração ao protocolo de aplicação preconizado pelo fabricante

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1. DELINEAMENTO EXPERIMENTAL

Neste estudo laboratorial, foi testada a influência de três alterações ao protocolo de aplicação preconizado pelo fabricante de um adesivo SE1 (Adper™ Prompt™ L–Pop™) sobre a resistência adesiva a tensões de corte à dentina humana e o tipo de falha de união (Tabela 3.1)

Grupos experimentais	Protocolo de adesão	
<b>Fabricante (Grupo 1)</b>	Adesivo Adper™ Prompt™ L–Pop™ Self–Etch – 3M	
<b>Pré–condicionamento (Grupo 2)</b>	Condicionamento prévio com ácido Scotchbond™ Etchant (35 % ácido fosfórico)	Adesivo Adper™ Prompt™ L–Pop™ Self–Etch – 3M
<b>Camada extra (Grupo 3)</b>	Camada extra de adesivo Adper™ Prompt™ L–Pop™ Self–Etch antes de fotopolimerizar	
<b>Camada hidrófoba (Grupo 4)</b>	Adesivo Adper™ Prompt™ L–Pop™ Self–Etch – 3M	Camada hidrófoba (Adesivo Adper™ Scotchbond™ Multi–Purpose Plus)

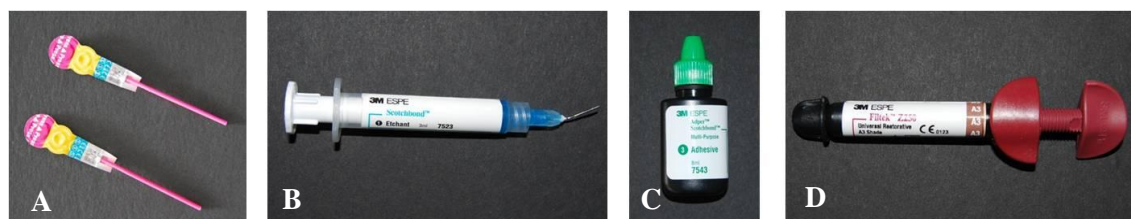
**Tabela 3.1 - Delineamento experimental**

### 3.2. MATERIAIS UTILIZADOS

As características dos diferentes materiais utilizados neste estudo laboratorial encontram-se discriminados nas Tabelas 3.2 e representados na Figura 3.1.

<b>Material</b>	<b>Adesivo Adper™ Prompt™ L–Pop™ Self–Etch</b>	<b>Ácido Scotchbond™ Etchant</b>	<b>Adesivo Adper™ Scotchbond™ Multi– Purpose Plus</b>	<b>Filtek z250 (A3)</b>
<b>Fabricante</b>	3M ESPE	3M ESPE	3M ESPE	3M ESPE
<b>Composição</b>	<u>Compartimento A</u> (vermelho): Fosfato mono e di-HEMA, dimetacrilato, canforoquinona, substituto de amina aromatiaca e substituto fenol <u>Compartimento B</u> (amarelo): Água, hidroxietilmetacrilato, ácido metacrilato policarbónico e substituto de fenol <u>Compartimento C</u> (verde): pincel	Ácido fosfórico com concentração de 35%	Bis-GMA, HEMA e canforoquinona	<u>Matriz orgânica:</u> Bis–GMA, UDMA, Bis–EMA <u>Parte inorgânica:</u> Zircônia/Sílica com 82% em peso e 60% em volume. Com tamanho médio das partículas de 0,6 µm.
<b>Lote</b>	384012	8LC	N191364	N117193
<b>Validade</b>	Jan–12	Dez–2011	Jul–2013	Julho–2012

**Tabela 3.2 - Características dos materiais utilizados no estudo Laboratorial**



**Figura 3.1 – Materiais utilizados no estudo laboratorial:**

**(A) SE1; (B) ácido; (C) adesivo; (D) compósito**

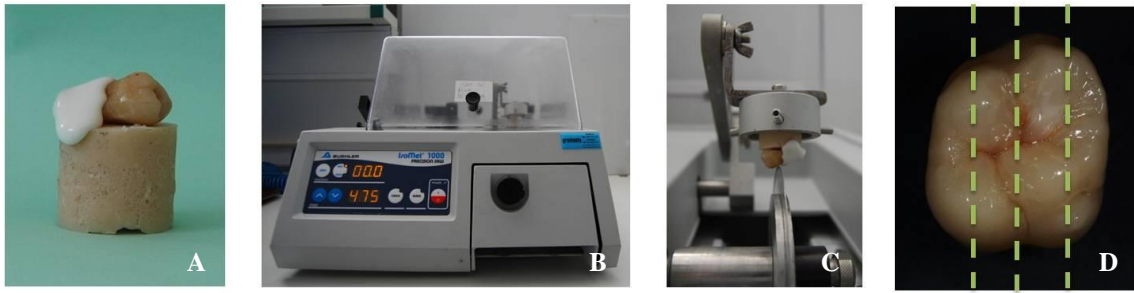
### 3.3. PREPARAÇÃO DOS ESPÉCIMES

Neste estudo, foram utilizados 40 dentes molares humanos, não obturados nem cariados, extraídos por motivos periodontais e/ou ortodônticos. Entre o momento da sua extracção e a realização do teste ao corte não decorreram mais de 6 meses.

Todos os dentes foram processados segundo as especificações técnicas da ISO/TS nº11405:2003.

Imediatamente após a exodontia, foram removidos sangue e tecidos moles aderentes aos dentes, utilizando água corrente e uma cureta. Os dentes foram inicialmente armazenados durante oito dias numa solução bacteriostática (cloramina T 0,5%) e seguidamente em água destilada sob refrigeração (a uma temperatura de 4°C) por um período que não excedeu os seis meses, até à sua utilização.

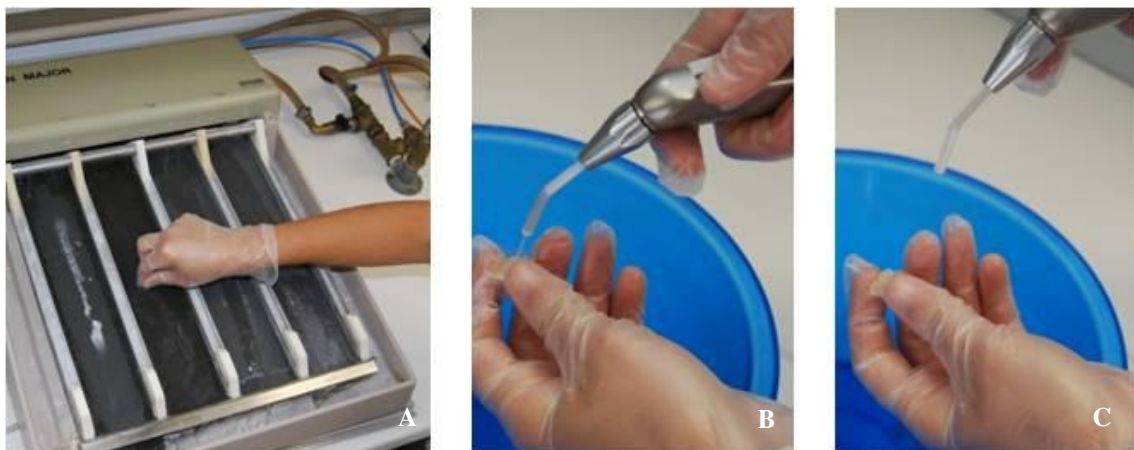
Os dentes foram montados em bases acrílicas (Figura 3.2A). Com um disco diamantado montado numa máquina de corte de precisão modelo Isomet 1000 (Buehler, Illinois, USA) (Figura 3.2B), foram seccionados transversalmente (Figura 3.2C), para eliminar a raiz. As coroas obtidas foram montados em novas bases acrílicas e em cada um delas foram realizados 3 cortes longitudinais, (Figura 3.2D) conseguindo-se 2 fatias de dentina a partir de cada coroa, (espessura de 0,3mm), Desta forma, foi obtido um total de 80 espécimes que foram conservados em água destilada a uma temperatura de 4°C até à sua utilização.



**Figura 3.2– Cortes dos dentes: (A) Dente montados em bases acrílicas; (B) Máquina de corte; (C) Corte tansversal; (D) Cortes longitudinais**

Os 80 espécimes foram aleatoriamente divididos em quatro grupos experimentais com 20 espécimes cada ( $n=20$ ).

Em todos os espécimes foi criada manualmente uma smear layer padronizada através da utilização de uma lixa de grão 320 por 5 ciclos (Figura 3.3A) seguida de lavagem (Figura 3.3B) e secagem suave (Figura 3.3C).



**Figura 3.3 – (A) Criação da smear layer; (B) Lavagem; (C) Secagem**

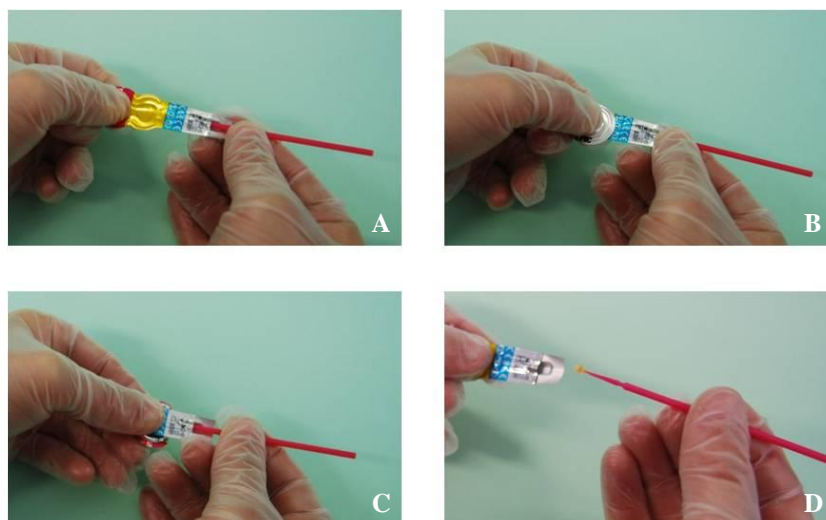


Montagem das fatias em Watanabe utilizando uma fita adesiva com um orifício de 3mm de diâmetro, para uniformizar a área de adesão

Após a montagem das fatias de dentina em placas Watanabe, foi realizado o procedimento adesivo.

### 3.4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Em todos os grupos experimentais, o sistema adesivo foi activado de acordo com as indicações do fabricante, imediatamente antes da sua aplicação. Apertou-se o material do compartimento A para o B (Figura 3.4A), dobrou-se para trás o compartimento A até ficar em contacto com o B, pressionando para evitar que o material voltasse para trás (Figura 3.4B) e apertou-se o compartimento B, passando o adesivo para o C (Figura 3.4C). Rodou-se o pincel dentro do compartimento C para que estivesse totalmente coberto por adesivo, a cor amarela indicava que estava correctamente activado (Figura 3.4D).

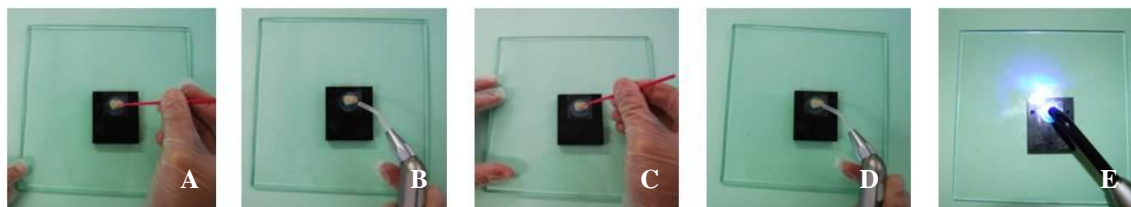


**Figura 3.4 –Protocolo de activação do adesivo  
Adper™ Prompt™ L–Pop™ Self–Etch**

A aplicação do sistema adesivo sobre a dentina, foi realizada de acordo com o grupo experimental:

No Grupo 1, o adesivo Adper™ Prompt™ L–Pop™ Self–Etch foi aplicado segundo as indicação do respectivo fabricante. Foi aplicada uma primeira camada

esfregando a superfície de dentina durante 15 segundos (Figura 3.5A). Após secagem com jacto de ar suave durante 5 segundos (Figura 3.5B), aplicou-se uma 2ª camada de adesivo de forma idêntica à primeira (Figura 3.5C). Após nova secagem foi realizada a fotopolimerização do adesivo durante 10 segundos (Figura 3.5D).



**Figura 3.5 –Protocolo de aplicação do adesivo Adper™ Prompt™ L–Pop™ Self–Etch**

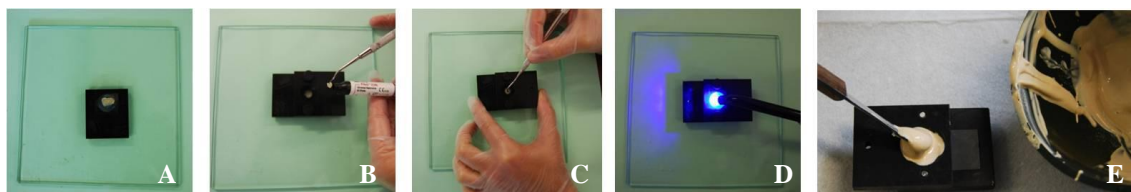
No Grupo 2, foi realizado um condicionamento prévio da dentina com ácido fosfórico a 35%, Scotchbond™ Etchant, durante 15 segundos. Após lavagem durante 15 segundos, a superfície de dentina foi seca com jacto de ar durante 5 segundos. Em seguida, foi aplicado o protocolo descrito para o Grupo 1.

No Grupo 3, aplicou-se o procedimento descrito no Grupo 1, mas antes da fotopolimerização do adesivo, realizou-se a aplicação de uma terceira camada de adesivo Adper™ Prompt™ L–Pop™ Self–Etch. Só após a aplicação desta terceira camada de adesivo se procedeu à fotopolimerização, durante 10 segundos.

No Grupo 4 utilizou-se o protocolo descrito para o Grupo 1. No entanto, após a sua fotopolimerização, foi aplicada uma camada de resina hidrófoba, o adesivo (frasco 3) do sistema adesivo Adper™ Scotchbond™ Multi–Purpose Plus, que foi de seguida fotopolimerizada durante 10 segundos.

Após o adesivo, foi sobre ele aplicada uma resina composta Filtek Z250 (A3) com incremento menores de 2,5mm, fotopolimerizando-os durante 20 segundos, de forma a preencher o orifício de uma das placas do sistema Watanabe (Figura 3.6A,B,C,D).

O restante espaço das placas de Watanabe foi preenchido com gesso tipo IV (Figura 3.6E).



**Figura 3.6 – Montagem dos espécimes em placas Watanabe: (A,B,C,D) Aplicação de resina composta Filtek Z250; (E) Preenchimento dos espaços restantes com gesso**

Todas as amostras foram fotopolimerizadas com um aparelho fotopolimerizador Ortholux LED Curing Light n.º série 939830002571 (3M unitek, 82171 Puchheim Alemanha) com uma intensidade de  $800\text{W}/\text{cm}^2$  (Figura 3.7). A intensidade da radiação luminosa foi verificada antes de se iniciar cada grupo experimental, utilizando um radiómetro Bluephase Meter com o n.º série 001390 (Ivoclar Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein).



**Figura 3.7 – Aparelho fotopolimerizador Ortholux LED Curing Light**

Os espécimes montados nas placas de Watanabe foram armazenados em água a  $37^{\circ}\text{C}$  numa estufa com 100% humidade, durante um período de 72h, até serem submetidos aos testes de resistência adesiva (Figura 3.8A).

### 3.5. TESTE DE RESISTÊNCIA ADESIVA SOB FORÇAS DE CORTE

Os testes de resistência adesiva sob tensão de corte, foram realizados com uma máquina de testes mecânicos universal Instron modelo 4502 (Instron Ltd., Bucks, HP 12 3SY, Inglaterra) (Figura 3.8B), com uma célula de carga de 1 kN, a uma velocidade de 5,0mm/min. As forças máximas no momento da fractura foram registadas em Newton e convertidas para valores de resistência adesiva em MegaPascal, de acordo com a área de adesão.



**Figura 3.8 - (A) Estufa com uma temperatura de 37°C a uma humidade de 100%;  
(B) Instron modelo 4502**

### 3.6. ANÁLISE DO TIPO DE FALHA DE UNIÃO

As interfaces da fractura foram observadas com um estereomicroscópio, Meiji Techno EMZ –8TR n°. de série 411479 (Meiji Techno Co., Saitama, Japan) (Figura 3.9) com uma ampliação de 20 vezes, o que permite determinar o tipo de falha de união.

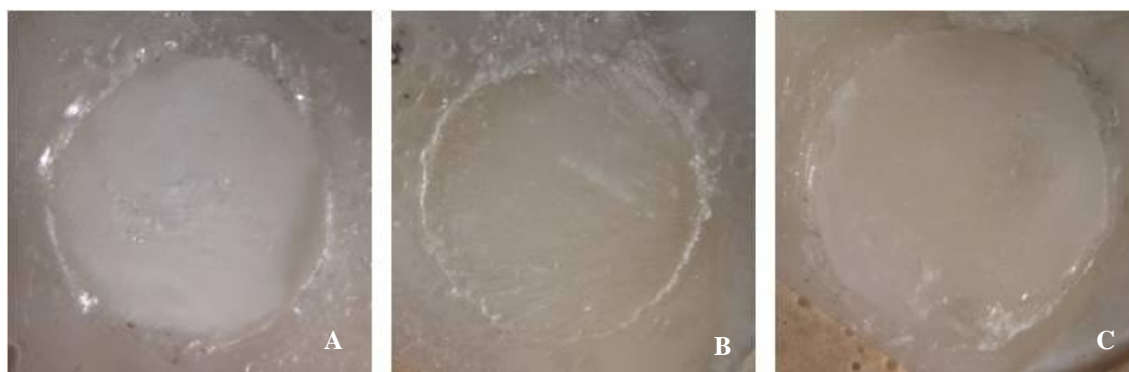


**Figura 3.9 - Estereomicroscópio, Meiji Techno EMZ –8TR**

O sistema de classificação adoptado para o tipo de falha de união (Portugal *et al.* 2008) encontra-se descrito na Tabela 3.3 e representado na Figura 3.10.

Classificação	Tipo de Falha de união	Descrição da Falha
A	Falha Adesiva	Falha entre o sistema adesivo e a dentina
M	Falha Adesiva–Coesiva (mista)	Falha entre o sistema adesivo e a dentina e ao nível da resina composta
C	Falha Coesiva	Falha ao nível da resina composta

**Tabela 3.3 - Sistema de classificação do tipo de falha de união**



**Figura 3.10- Falha de União - (A) Adesiva (B) Mista (C) Coesiva**

### 3.7. ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os dados obtidos nos Teste de Resistência adesiva sob forças de corte foram inseridos numa base de dados e analisados estatisticamente utilizando o programa SPSS for Windows versão 16.0 (SPSS Inc. , Chicago, IL, USA).

Foi realizada a análise estatística descritiva dos valores de resistência adesiva sob tensões de corte. Para cada grupo experimental foi calculada a média, o desvio padrão e os valores máximo e mínimo.

Os valores de resistência adesiva sob forças de corte foram submetidos a uma análise de variância factorial (ANOVA), com uma dimensão, seguida de testes post-hoc segundo o método de Tukey, para estudar a influência da alteração do protocolo de aplicação preconizado pelo fabricante de um sistema adesivo SE1 na resistência adesiva à dentina humana.

Foi também realizada a análise do tipo de falha de união, tendo sido determinada a distribuição dos vários tipos de falha pelos diversos grupos experimentais. Como o tipo de falha era uma variável ordinal, a análise estatística foi realizada através de testes não paramétricos.

O teste de Kruskal-Wallis foi utilizado para determinar se existiam diferenças entre os quatro grupos experimentais e se tipo de falha era influenciado pela manipulação do protocolo de aplicação preconizado pelo fabricante. Quando se verificaram diferenças estatisticamente significativa foi realizada a comparação dos resultados obtidos nos vários grupos, seguindo o teste de Mann-Whitney, corrigido segundo o método de Bonferroni.

## 4. RESULTADOS

### 4.1. ANÁLISE ESTATÍSTICA DESCRITIVA

As estatística descritivas dos valores resistência adesivas sob forças de corte de acordo com o grupo experimental encontra-se descrito na Tabela 4.1. Para cada grupo experimental foi calculado a média, desvio padrão, valor mínimo e máximo. Os valores encontram-se expressos em MegaPascal (MPa).

Grupo	N	Média	Desvio Padrão	Min	Max
1	20	8,15	6,99	0,01	24,60
2	20	7,56	6,94	0,01	18,08
3	20	16,09	9,69	0,85	33,29
4	20	19,31	10,60	4,65	43,69

**Tabela 4.1 – Análise estatística descritiva dos valores de resistência adesiva sob forças de corte (MPa)**

### 4.2. ANÁLISE DE VARIÂNCIA FACTORIAL (ANOVA)

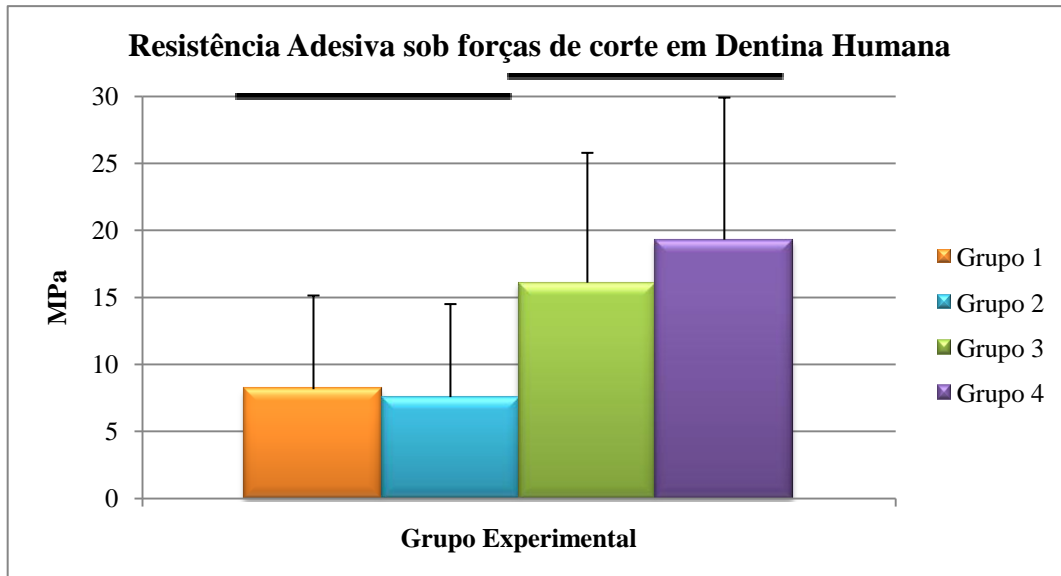
Foram submetidos os valores de resistência adesiva sob forças de corte a uma análise de variância factorial (ANOVA) com uma dimensão, para analisar as diferentes forças de adesão ao corte na dentina (SBS) (variável dependente), consoante o grupo experimental (variável independente). O resultado desta análise encontra-se representada na Tabela 4.2, demonstrando que existe uma influência estatística muito significativa ( $p < 0,001$ ) do protocolo de aplicação do sistema adesivo.

Fonte de variação	GL	SQ	QM	Valor F	Valor P
Técnica	3	2045,327	0,776	8,997	<0,001
Residual	76	5759,396	75,782		

(GL – graus de Liberdade; SQ – Soma dos quadrados; QM – quadrado médio;  $p < 0,001$ )

**Tabela nº4.2 – Análise de Variância (ANOVA) com uma dimensão ( $p < 0,05$ )**

No Gráfico 4.1 estão representados os valores de resistência adesiva sob forças de corte a dentina humana, encontrados para cada grupo experimental



**Gráfico 4.1 – Resistência adesiva sob forças de corte em dentina humana de acordo com o grupo experimental (os grupos representados sob a mesma linha não apresentam diferenças estatisticamente significativas) ( $p \geq 0,05$ )**

#### 4.3. TIPO DE FALHA DE UNIÃO

A Tabela 4.3 apresenta a distribuição do tipo de falha de união pelos diferentes grupos experimentais.

Os grupos 1, 2 e 3 apresentam um predomínio de falhas de união do tipo adesivo, enquanto que o grupo 4 um predomínio de falhas de união do tipo misto.

Grupo	Tipo de Falha			Totais
	Adesiva	Mista	Coesiva	
1	14 70%	6 30%	0 0%	20 100%
2	16 80%	4 20%	0 0%	20 100%
3	18 90%	2 10%	0 0%	20 100%
4	5 25%	11 55%	4 20%	20 100%

**Tabela 4.3 – Prevalência dos tipos de falha nos diferentes grupos experimentais**

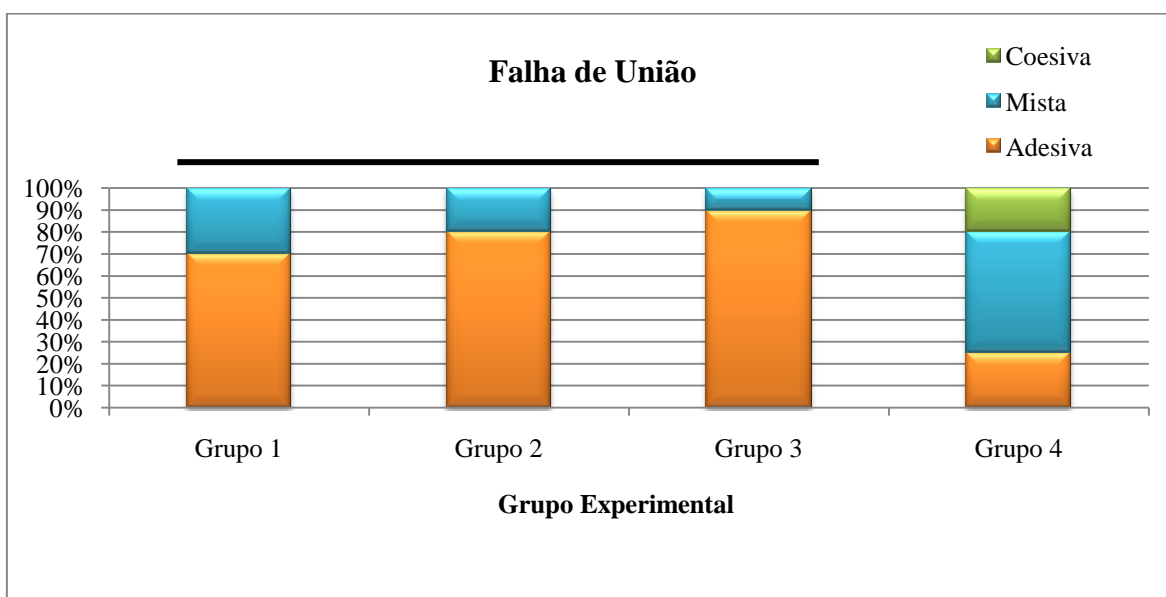


Os resultados obtidos foram submetidos a testes estatísticos não paramétricos com o intuito de se identificar se o tipo de falha era influenciada pela manipulação do protocolo de aplicação preconizado pelo fabricante.

O Teste de Kruskal-Wallis revelou que o tipo de manipulação do protocolo de aplicação apresentava uma influência estatisticamente muito significativa ( $p < 0,001$ ) sobre a distribuição do tipo de falha observado.

A comparação entre os grupos, segundo o teste de Mann-Whitney, corrigido segundo o método de Bonferroni, revelou existirem diferenças entre o grupo 4 e os restantes três grupos de forma estatisticamente significativa ( $p = 0,008$ ). Não foram observadas diferenças nas restantes comparações.

No Gráfico 4.2 encontra-se a distribuição do tipo de Falhas de União de acordo com o grupo experimental.



**Gráfico 4.2 – Distribuição do tipo de Falhas de União de acordo com o grupo experimental (os grupos representados sob a mesma linha não apresentam diferenças estatisticamente significativas) ( $p \geq 0,05$ )**

## **5. DISCUSSÃO**

Com o crescimento da procura de adesivos com melhores propriedades, surgem frequentemente novos produtos no mercado, o que torna difícil para o médico dentista a escolha do material a usar na sua prática clínica (Sudsangiam e Noort 1999).

A longevidade e o sucesso das restaurações dentárias modernas dependem da adesão entre o substrato e a resina composta (Salz e Bock 2010).

Enquanto nas situações clínicas é difícil identificar o motivo pelo qual uma restauração teve insucesso, nos ensaios laboratoriais conseguem-se prever factores que irão deteriorar a eficácia da adesão (Van Meerbeek *et al.* 2003; De Munck *et al.* 2004).

Para prever os resultados clínicos de um tratamento restaurador, várias experiências clínicas e ensaios laboratoriais têm sido realizados, analisados e publicados (Salz e Bock 2010).

Apesar da “International Organization for Standardization” (ISO/TS nº11405:2003) ter criado várias normas com o intuito de uniformizar estes ensaios mecânicos, são muito diversas as metodologias seguidas pelos diferentes estudos disponíveis na literatura. No entanto, é sabido que são inúmeras as variáveis que podem influenciar os resultados dos testes de resistência adesiva. Factores relacionados com a selecção, armazenamento e preparação do substrato e do espécime, assim como a forma como é realizado o teste de resistência mecânica, podem influenciar os valores de adesão obtidos (Pashley *et al.* 1995).

O presente estudo pretendeu avaliar se a resistência mecânica a tensões de corte à dentina humana e o tipo de falha de união eram influenciados pela alteração ao protocolo de aplicação indicado pelo fabricante do Sistema adesivo Adper™ Prompt™ L–Pop™ Self–Etch.

### **5.1. PROTOCOLO EXPERIMENTAL**

Uma das limitações do presente estudo é o facto da amostra ser constituída exclusivamente por molares humanos, não obturados, nem cariados, extraídos por motivos periodontais e/ou ortodônticos. A idade do doador, os componentes estruturais e propriedades da dentina não foram tidos em conta, o que segundo Marshall *et al.* (1997) pode afectar a adesão.

Nos adesivos SE1 ocorre uma dissolução ou modificação da *smear layer* que fica incorporada na interface adesiva. Dependendo da preparação da superfície dentária, a *smear layer* varia de densidade, espessura e rugosidade. A simulação da *smear layer in vitro* é um processo complexo e difícil de padronizar. Quando produzida por uma broca de tungsténio, é fina mas densa, enquanto que a utilização de uma lixa de grão 320 para a simular, torna-a mais espessa mas menos compacta, o que permite a existência de uma interacção com o primer semelhante à produzida pela broca (Oliveira *et al.* 2003). Por esta razão, neste estudo recorreu-se a uma lixa com um grão 320 para preparação dos espécimes, contrariamente ao que é preconizado pela ISO/TS nº11405:2003 que defende a utilização de uma lixa com um grão 600.

A termociclagem é um método que simula as condições intra-orais. Os espécimes são submetidos a temperaturas extremas que provocam um aumento da hidrólise dos componentes da interface, o que contribui para a sua degradação. (Salz e Bock 2010). Neste estudo experimental, como o objectivo é avaliar a influência de três alterações ao protocolo de aplicação preconizado pelo fabricante de um adesivo SE1 (Adper™ Prompt™ L–Pop™) sobre a resistência adesiva a tensões de corte à dentina humana e o tipo de falha de união no momento das aplicações, não foi realizada a termociclagem, como preconizado pela ISO/TS n.º 11405:2003.

Os ensaios *in vitro* que visam avaliar a união do sistema adesivo à estrutura dentária têm como intuito simular as forças intra-orais, através da indução de tensões sobre a união. Estas forças e tensões intra-orais exercidas sobre os dentes e restaurações apresentam uma natureza muito complexa, sendo por isso uma previsão/simulação das forças.

Existem vários métodos para avaliar/quantificar a resistência adesiva entre um sistema adesivo e um substrato, que consoante a área de adesão são classificados em macro ou micro ensaios (Garcia *et al.* 2002). Os macro ensaios apresentam, normalmente, uma área de adesão com um diâmetro de aproximadamente 3mm, e podem ser induzidas tensões de corte ou de tracção. Nos de corte, a força é aplicada paralela e tangencialmente à interface adesiva e nos de tracção, a força aplicada ocorre de uma forma perpendicular (Burke *et al.* 2008). Braga *et al.* (2010) salientam que a preferência por ensaios mecânicos a tensões de corte se justifica por serem fáceis de executar, requererem pouco material e a preparação dos espécimes ser pouco complexa. No entanto, apesar de possuírem uma metodologia simples, a fractura nem sempre

ocorre no ponto mais fraco, contrariamente ao que ocorre nos testes de tracção (Watanabe e Nakabayashi, 1994).

Um método alternativo para quantificar as forças de adesão seria a microtracção que apesar de necessitar de uma menor área de adesão (aproximadamente 1mm<sup>2</sup>) implica uma grande manipulação dos espécime, que pode induzir tensões adicionais e alterar os resultados das forças de união (Pahley *et al.* 1995)

## 5.2. RESULTADOS OBTIDOS NO ESTUDO

No presente estudo pretendeu-se avaliar se manipulações do protocolo do fabricante Adesivo Adper™ Prompt™ L–Pop™ Self–Etch provocavam alterações nas forças de adesão submetidas a tenções de corte ao nível da dentina.

Neste estudo, o pré-condicionamento com ácido fosfórico (grupo 2) não contribui para o aumento dos valores de adesão, mostrando até uma ligeira tendência de diminuição destes valores. Resultados semelhantes foram obtidos por Proença *et al.* (2007) que verificaram que o adesivo Adper Prompt L–Pop não sofreu alterações com o pré condicionamento ácido. Contrariamente Van Lambrechts *et al.*(2006) com a realização do pré-condicionamento com ácido ao nível da dentina obtiveram uma diminuição das forças de adesão, comparativamente aos valores obtidos pelo fabricante. Os autores justificaram este resultado pela existência de uma maior desmineralização e consequentemente pior adaptação do adesivo às fibras de colagénio, formando-se uma camada híbrida porosa, em que as fibras não se encontravam protegidas e consequentemente mais susceptíveis às forças de tensão, o que poderá provocar a uma fractura do fundo da camada híbrida.

Relativamente ao grupo 3, “camada adicional de adesivo”, este apresenta diferenças estatisticamente significativas relativamente ao grupo 1, “Fabricante”, o que poderá indicar que uma dupla aplicação deste adesivo proporciona maiores forças de adesão. Outros estudos comprovam este resultado, nomeadamente os de Frankenberger *et al.* (2001), Pashley *et al.* (2002) e Ito *et al.* (2005). A força de adesão, de acordo com Perdigão *et al.* (2007), depende do grau de penetração dos monómeros no colagénio. Se aplicarmos várias camadas de adesivo, o solvente evaporar-se-à entre cada aplicação,

os monómeros aumentam e assim torna-se mais fácil a sua infiltração sem aumentar a espessura da camada adesiva. Refere também que relativamente à aplicação de uma camada extra do adesivo Adpter Prompt L-Pop ao nível da dentina existe uma infiltração mais profunda, o que gera forças adesivas mais fortes. O aumento das forças de adesão poderá estar associado à diminuição da microinfiltração devido ao aumento do número de camadas (Hashimoto *et al.* 2004).

Quando aplicamos a “camada hidrófoba” (grupo 4) deparamo-nos, de igual modo, com diferenças estatisticamente significativas relativamente ao grupo 1 “fabricante”, o que poderá indicar que a utilização de uma camada hidrófoba após aplicação do SE1 também proporciona maiores forças de adesão. Tay *et al.* (2002) demonstraram que os SE1 polimerizados funcionam como uma membrana semi-permeável, em que existe um movimento bidireccional através da camada de adesivo. Com a aplicação de uma camada hidrófoba, esta membrana semipermeável poderá ser neutralizada (De Munck 2005; Breschi, *et al.* 2008) reduzindo a difusão da água da camada híbrida para a interface entre o adesivo e a resina composta (Tay *et al.* 2002, Tay e Pashley 2003) o que inibe a polimerização, e torna a interface adesivo/ resina mais fraca (Brackett *et al.* 2005). Com a aplicação da camada hidrófoba existe um aumento dos monómeros hidrofóbicos, que são os principais responsáveis pelas forças de adesão. Esta camada hidrófoba poderá provocar um aumento imediato das forças de adesão, devido a uma maior espessura da camada adesiva, que contraria a redução existente pela contracção de polimerização das resinas compostas (Choi, Condon e Ferracane 2000) e um aumento da distribuição da tensão durante os ensaios (Brackett *et al.* 2005).

Segundo o nosso estudo, a aplicação da camada hidrófoba é a única modificação que poderá influenciar o tipo de falha de união, já que apenas esta apresenta diferenças estatisticamente significativas. A obtenção de melhores resultados referentes às forças de adesão, cerca de 19 MPa, e a existência de falhas coesivas, parece indicar que nos aproximamos dos valores de resistência coesiva do compósito.

Embora estes adesivos SE1 apresentem fracos valores de resistência adesiva, existem possibilidades a curto prazo de os melhorar. Seria relevante no futuro realizar estudos a longo prazo para avaliar se estas melhorias se mantêm ou sofrem degradação.

Alguns autores sugerem outras manipulações, nomeadamente utilização de inibidores de metaloproteinases (MMP's), utilização de métodos que melhorem a impregnação dos monómeros (aumento do tempo de aplicação, aplicação mais vigorosa e aplicação do adesivo assistida por impulso eléctrico), pelo que se torna necessário testa-las com o intuito de verificar a sua eficácia.

Nos ensaios laboratoriais é muito difícil simular todas as características existentes na cavidade oral, designadamente humidade, tensões e hábitos mastigatórios, alterações de temperatura e de pH, o que implica que os resultados sejam limitados, obtendo-se apenas previsões, pelo que é pertinente realizar estudos clínicos complementares.

## **6. CONCLUSÕES**

Após a análise dos dados obtidos neste estudo conclui-se que:

- Os valores de resistência adesiva foram influenciados pela alteração ao protocolo de aplicação preconizado pelo fabricante quando aplicamos uma camada adicional do adesivo e uma camada hidrófoba.
- O tipo de falha foi influenciado pela alteração ao protocolo de aplicação preconizado pelo fabricante quando aplicamos a camada hidrófoba.
- A aplicação da Camada hidrófoba foi a manipulação que proporcionou melhores propriedades ao adesivo.

## **7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

- ASTM D 907, “Standard Definitions of Terms Relating to Adhesives,” American Society for testing and Materials, Conshohocken, PA. (especificação D907)
- Baier RE (1992) “Principles of adhesion” *Oper Dent* **5**: 1–9
- Bayne SC (2005) “Dental biomaterials: where are we and where are we going?” *J Dent Educ* **69**(5): 571–585
- Bounocore MG (1955) “A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces” *J Dent Res* **34**: 849–853
- Brackett WW, Ito S, Tay FR, Haisch LD, Pashley DH (2005) “Microtensile dentin bond strength of self-etching resins: effect of a hydrophobic layer” *Oper Dent* **30**: 733–738
- Braga RR, Meira JBC, Boaro LCC, Xavier TA. (2010). “Adhesion to tooth structure: A critical review of “macro” test methods”. *Dent Mater* **26**: e38–e49
- Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Lenarda RD, Dorigo ES (2008). “Dental adhesion review: Aging and stability of the bonded interface”. *Dent Mater* **24**: 90–101
- Burke FJT, Hussain A, Nolan L, Fleming GJP (2008) “Methods used in dentine bonding tests: an analysis of 102 investigations on bond strength” *Eur J Prosthodont Rest Dent* **16**: 158–165
- Carvalho RM, Chersoni S, Frankenberger R, Pashley DH, Pratib C, Taye FR (2005)” A challenge to the conventional wisdom that simultaneous etching and resin infiltration always occurs in self-etch adhesives” *Biomaterials* **26**: 1035–1042



- Choi KK, Condon JR, Ferracane JL (2000) "The effects of adhesive thickness on the polymerization contraction stress of composite" *J Dent Res* **79**(3): 812–817
- De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, Van Meerbeek B (2004). "A Critical Review of the Durability of Adhesion to Tooth Tissue: Methods and Results". *J Dent Res* **84**(2): 118–132
- De Munck J, Vargas M, Iracki J, Van Landuyt K, Poitevin A, Lambrecht P, Van Meerbeek B (2005) "One-day bonding effectiveness of new self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin" *Oper Dent* **30**: 39–49
- De Munck J, Mine A, Vivan Cardoso M, Almeida Neves A, Van Landuyt KL, Poitevin A, Van Meerbeek B (2011) "Effect of dentin location and long-term water storage on bonding effectiveness of dentin adhesives" *Dent Mater J* **30**(1):7–13
- Erickson RL (1992). "Surface interactions of dentin adhesive materials". *Oper Dent* **5**: 81–94
- Frankenberger R, Perdigao J, Rosa BT, Lopes M (2001) ""No-bottle" vs "multi-bottle" dentin adhesives: microtensile bond strength and morphological study" *Dent Mater* **17**: 373–380
- Fusayama T, Nakamura M, Kurosaki N, Iwaku M (1979). "Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin" *J Dent Res* **58**(4): 1364–1370
- Garcia FP, Alpino PP, Terada RS, Carvalho RM (2002). "Testes mecânicos para a avaliação laboratorial da união resina/dentina". *Rev Fac Odontol Bauru* **10**(3): 118–127
- Haller B (2000) "Recent developments in dentin bonding". *Am J Dent* **13**(1): 44–50

- Hiraishi N, Nishiyama N, Ikemura K, Yau JY, King NM, Tagami J, Pashley DH e Tay FR (2005) "Water concentration in self-etching primers affects their aggressiveness and bonding efficacy to dentin" *J Dent Res* **84**:653–8
- Hashimoto M, Sano H, Yoshida E, Hori M, Kaga M, Oguchi H e Pashley DH (2004) "Effects of multiple adhesive coatings on dentin bonding" *Oper Dent* **29**(4):416–423
- Hashimoto M, Nagano F, Endo K, Ohno H (2011). "A review: Biodegradation of resin—dentin bonds". *Japanese Dental Science Review* **47**: 5–12
- ISO (2003). Dental materials – Testing of adhesion to tooth structure. Geneva, Switzerland, International Organization for Standardization. ISO/TS 11405
- Ito S, Tay F, Hashimoto M, Yoshiyama M, Saito T, Brackett WW, Waller JL, Pashey DM (2005) Effects of multiple coatings of two all-in-one adhesives on dentin bonding" *J Adhes Dent* **7**: 133–141
- Kaaden C, Powers JM, Friedl KH, Schmalz G (2002) . "Bond strength of self-etching adhesives to dental hard tissues". *Clin Oral Invest* **6**: 155–160
- Kanehira M, Manabe A, Finger WJ, Hisamitsu H, Komatsu M (2010). "How reliable are failure site assessments after "macro" shear debonding of resin from tooth substrate". *Int Journal of Contemporary Dentistry* **1**(2): 74–78
- Marshall GW, Marshall JS, Kinney JH, Balooch M (1997). "The dentin substrate: structure and properties related to bonding". *J Dent* **25**(6): 441–458
- Meena N, Niharika J (2011). "Options for Dentin Bonding –Total Etch Or Self Etch?". *Int Journal of Contemporary Dentistry* **2**(2): 31–33
- Mjör IA, Gordan VV (2002) "Failure, repair, refurbishing and longevity of restorations" *Oper Dent* **27**: 528–534

- Mjör IA, Shen C, Eliasson ST, Richter S (2002) “Placement and replacement of restorations in general dental practice in Iceland” *Oper Dent* **27**: 117–123
- Murdoch–kinch CA, McLean ME (2003) “Minimally invasive dentistry”. *J Am Dent Assoc* **134**: 87–95
- Nakabayashi N et al. (1982) “The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrate” *J Biomed Mater Res* **16**(3): 265-273
- Noort RV, Noroozi S, Howard IC e Cardew G (1989) “A critique of bond strength measurements” *J. Dent* **17**: 61–67
- Oliveira SSA, Pugach MK, Hilton JF, Watanabe LG, Marshall SJ, Marshall Jr GW (2003). “The influence of the dentin smear layer on adhesion: a self–etching primer vs. a total–etch system”. *Dent Mater* **19**: 758–767
- Pashley DH, Michelich V e Kehl T (1981) “Dentin permeability: effects of smear layer removal” *J Prosthet Dent* **46**: 531–537
- Pashley DH (1989) “Dentin: a dynamic substrate—a review” *Scanning Microscopy International* **3**(1): 161–176
- Pashley DH (1991) “Clinical correlations of dentin structure and function” *J Prosthet Dent* **66**: 777–781
- Pashley DH, Ciucchi B, Sano H e Horner JA (1993) “Permeability of dentin to adhesive agents” *Quintessence Int* **24**: 618–631
- Pashley DH, Sanoz H, Ciucchis B, Yoshiyamad M, Carvalho RM (1995). “Adhesion testing of dentin bonding agents: A review”. *Dent Mater* **11**: 117–125

Pashley DH (1996) "Dynamics of the pulpo–dentin complex" *Crit Rev Oral Biol Med* **7**:104–33

Pashley DH, Pashley EL, Carvalho RM, Tay FR (2002) "The effects of dentin permeability on restorative dentistry" *Dent Clin North Am* **46**(2): 211–245

Pashley EL, Agee KA, Pashley DH, Tay FR (2002). "Effects of one versus two applications of an unfilled, all–in–one adhesive on dentine bonding". *J Dent* **30**: 83–90

Perdigão J, Swift EJ, Denehy GE, Wefel JS, Donly KJ (1994) "In vitro Bond Strengths and SEM Evaluation of Dentin Bonding Systems to Different Dentin Substrates". *J Dent Res* **73**(1): 44–55

Perdigão J(1995) "An ultra–morphological study of human dentine exposed to adhesive systems" Thesis Leuven

Perdigão J, Geraldeli S e Hodges S (2003) "Total–etch vs self–etch adhesive: Effect on postoperative sensitivity". *J Am Dent Assoc* **134**: 1612–1629

Perdigão J (2007) "New developments in dental adhesion". *Dent Clin N Am* **51**(2): 333–357

Perdigão J (2010). "Dentin bonding—Variables related to the clinical situation and the substrate treatment". *Dent Mater* **26**: e24–e37

Peters MC, McLean ME (2001) "Minimally invasive operative care, I: minimal intervention and concepts of minimally invasive cavity preparations" *J Adhes Dent* **3**(1):7–16

Peumans M, Kanumilli P, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Van Meerbeek B (2005). "Clinical effectiveness of contemporary adhesives:A systematic review of current clinical trials". *Dent Mater* **21**: 864–881

- Portugal J, Marques P, Jardim J, Leitão J (2008) “Shear Bond Strength of Aged Dental Amalgam Repaired with Composite” *Rev Port Estomatol Cir Maxilofac* **49**: 69–74
- Proença JP, Polido M, Osorio E, Erhardt MC, Aguilera FS, García–Godoy F, Osorio R, Toledano M (2007) “Dentin regional bond strength of self–etch and total–etch adhesive systems” *Dent Mater* **23**(12): 1542–1548
- Reis A, Albuquerque M, Pegoraro M, Mattei G, Bauer JRO, Miranda Grande RH, Klein CA, Baumhardt–Neto R e Loguercio AD (2008) “Can the durability of one–step self–etch adhesives be improved by double application or by an extra layer of hydrophobic resin?” *J dent* **36**: 309– 315
- Retief DH (1991) “Standardizing laboratory adhesion tests” *Am J Dent* **4**(5): 231–236
- Roberson TM, Heymann HO e Swift EJ (2006). *Sturdevant's art and science of operative dentistry*. 5 ed. St. Louis, Missouri, Elsevier Mosby
- Sadek FT, Goracci C, Cardoso PE, Tay FR, Ferrari M (2005) “Microtensile bond strength of current dentin adhesives measured immediately and 24 hours after application” *J Adhes Dent* **7**:297–302
- Salz U, Bock T (2010). “Testing adhesion of direct restoratives to dental hard tissues – A review”. *J Adhes Dent* **12**(5): 343–37
- Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Horner JA, Matthews WG e Pashley DH (1995) “Nanoleakage: leakage within the hybrid layer. *Oper Dent* **20**: 18–25
- Scherrer SS, Cesar PF, Swain MV (2010). “Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: A critical literature review”. *Dent Mater* **26**: e78–e93

- Silva e Sousa Junior MH, Carneiro KG, Lobato MF, Silva e Souza PA, Góes MF (2010). “Adhesive systems: important aspects related to their composition and clinical use”. *J Appl Oral Sci* **18**(3): 207–214
- Spencer P, Ye Q, Park J, Topp EM, Misra A, Marangos O, Wang Y, Bohaty SB, Singh V, Sene F, Eslick J, Camarda K, Katz JL (2010). “Adhesive/Dentin Interface: The Weak Link in the Composite Restoration”. *Annals of Biomedical Engineering* **38**(6): 1989–2003
- Sudsangiam S, Noort R (1999) “Do dentin bond strength tests serve a useful purpose?” *J Adhesiv Dent* **1**: 57–67
- Tay FR e Pashley DH (2001) “Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers” *Dent Mater* **17**(4): 296–308
- Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM e Itthagarun A (2002) “Single-step adhesives are permeable membranes” *J Dent* **30**: 371–382
- Tay FR, Pashley DH (2003) “Water treeing – a potential mechanism for degradation of dentin adhesives” *Am J Dent* **16**: 6–12
- Tyas MJ, Anusavice KJ, Frencken JE, Mount GJ (2000) “Minimal intervention dentistry – a review”. *Int Dent J* **50**: 1–12
- Van Landuyt KL, Peumans M, De Munck J, Lambrechts P, Van Meerbeek B (2006). “Extension of a one-step self-etch adhesive into a multi-step adhesive”. *Dent Mater* **22**: 533–544
- Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, Coutinho E, Suzuki K, Lambrechts P e Van Meerbeek B (2007) “Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives” *Biomaterials* **28**(26): 3757–3785

- Van Landuyt KL, Mine A, De Munck J, Jaecques S, Peumans M, Lambrechts P (2009) “Are one-step adhesives easier to use and better performing? Multifactorial assessment of contemporary one-step self-etching adhesives” *J Adhes Dent* **11**: 175–190
- Van Meerbeek B, Inokoshi S, Braem M, Lambrechts P e Vanherle G (1992) “Systems Morphological Aspects of the Resin–Dentin Interdiffusion Zone with Different Dentin Adhesive” *J Dent Res* **71**: 1530–1540
- Van Meerbeek B, Vargas M, Inoue S, Yoshida Y, Peumans M, Lambrechts P, Vanherle G (2001) “Adhesives and cements to promote preservation dentistry” *Oper Dent* **6**: 119–144
- Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P (2003) “Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges” *Oper Dent* **28**(3): 215–235
- Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A, De Munck J (2010). “Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes”. *Dent Mater* **26**: e100–e121
- Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL (2011). “State of the art of self-etch adhesives”. *Dent Mater* **27**: 17–28
- Vongsavan N e Matthews B. (1992) “Fluid flow through cat dentine *in vivo*” *Arch Oral Bioi* **37**: 175–185
- Watanabe I, Nakabayashi N (1993) “Bonding durability of photocured phenyl–P in TEGDMA to smear layer-retained bovine dentin” *Quintessence Int* **24**(5): 335–342
- Watanabe I e Nakabayashi N (1994) “Measurement methods for adhesion to dentine: the current status in Japan” *J. Dent* **22**: 67–72

Watanabe LG, Marshall GW, Marshall SJ (1996) “Dentin shear strength: Effects of tubule orientation and intra tooth location” *Dent Mater* **12**:109–115

Yoshida Y, Van Meerbeek B, Nakayama Y, Snauwaert J, Hellemans L, Lambrechts P, Vanherle G, e Wakasa K (2000) “Evidence of Chemical Bonding at Biomaterial–Hard Tissue Interfaces” *J Dent Res* **79**(2): 709–714

Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H, Inoue S, Tagawa Y, Suzuki K, De Munck J e Van Meerbeek B (2004) “Comparative Study on Adhesive Performance of Functional Monomers” *J Dent Res* **83**(6): 454–459





# **ANEXO I**

## **Abreviaturas**

## Abreviaturas

%	Porcentagem
µm	micrómetro
10-MDP	10 – Metacriloiloxidecil Fosfato de Di-hidrógeno
4-META	4-Metacriloiloxietil Anidro Trimelítico
Bis-EMA	Bisfenol 2-hidroxietil metacrilato
Bis-GMA	bisfenol-diglicidil-dimetacrilato
cm	centímetro
ER2	Adesivos Etch and Rinse em dois passos
ER3	Adesivos Etch and Rinse em três passos
et al.	et alii
Fenil-P	2-(Metacriloil) Etil Fenil Hidrogeno Fosfato
H <sub>2</sub> O	Água
HEMA	2-hidroxietil metacrilato
JAD	Junção amelo dentinária
mm	milímetro
MMP's	metaloproteinases
°C	graus centígrados
SE1	Adesivos Self Etch um passo
SE2	Adesivos Self Etch dois passos
SPSS	Statistical Package for Social Sciences
UDMA	Uretano dimetacrilato
W/cm <sup>2</sup>	Voltes por centímetro quadrado

## **ANEXO II**

# **Índice de figuras, tabelas e gráficos**

## Índice de Figuras

<b>Figura 3.1</b> .....	12
Materiais utilizados no estudo laboratorial: (A) SE1; (B) ácido; (C) adesivo; (D) compósito	
<b>Figura 3.2</b> .....	13
Cortes dos dentes: (A) Dente montados em bases acrílicas; (B) Máquina de corte; (C) Corte tansversal; (D) Cortes longitudinais	
<b>Figura 3.3</b> .....	13
(A) Criação da smear layer; (B) Lavagem; (C) Secagem	
<b>Figura 3.4</b> .....	14
Protocolo de activação do adesivo Adper™ Prompt™ L–Pop™ Self–Etch	
<b>Figura 3.5</b> .....	15
Protocolo de aplicação do adesivo Adper™ Prompt™ L–Pop™ Self–Etch	
<b>Figura 3.6</b> .....	16
Montagem dos espécimes em placas Watanabe: (A,B,C,D) Aplicação de resina composta Filtek Z250; (E) Preenchimento dos espaços restantes com gesso	
<b>Figura 3.7</b> .....	16
Aparelho fotopolimerizador Ortholux LED Curing Light	
<b>Figura 3.8</b> .....	17
(A) Estufa com uma temperatura de 37°C a uma humidade de 100%; (B) Instron modelo 4502	
<b>Figura 3.9</b> .....	18
Estereomicroscópio, Meiji Techno EMZ –8TR	
<b>Figura 3.10</b> .....	18
Falha de União - (A) Adesiva (B) Mista (C) Coesiva	

## Índice de Tabelas

<b>Tabela 3.1</b> .....	10
Delineamento experimental	
<b>Tabela 3.2</b> .....	11
Características dos materiais utilizados no estudo Laboratorial	
<b>Tabela 3.3</b> .....	18
Sistema de classificação do tipo de falha de união	
<b>Tabela 4.1</b> .....	20
Análise estatística descritiva dos valores de resistência adesiva sob forças de corte (MPa)	
<b>Tabela 4.2</b> .....	20
Análise de Variância (ANOVA) com uma dimensão ( $p < 0,05$ )	
<b>Tabela 4.3</b> .....	21
Prevalência dos tipos de falha nos diferentes grupos experimentais	

## Lista de Gráficos

<b>Gráfico 4.1</b> .....	21
Resistência adesiva sob forças de corte em dentina humana de acordo com o grupo experimental (os grupos representados sob a mesma linha não apresentam diferenças estatisticamente significativas) ( $p \geq 0,05$ )	
<b>Gráfico 4.2</b> .....	22
Distribuição do tipo de Falhas de União de acordo com o grupo experimental (os grupos representados sob a mesma linha não apresentam diferenças estatisticamente significativas) ( $p \geq 0,05$ )	